



DEUTSCHES  
PATENTAMT

21 Aktenzeichen: 195 38 658.2  
22 Anmeldetag: 17. 10. 95  
23 Offenlegungstag: 25. 4. 96

51 Int. Cl.<sup>8</sup>:  
C 10 M 169/02  
C 10 M 115/08  
// (C10M 169/02,  
115:08, 105:32, 105:36,  
105:38) C10N 50:10,  
40:02, C07C 275/40

DE 195 38 658 A 1

30 Unionspriorität: 32 33 31  
17.10.94 JP P 8-275552

71 Anmelder:  
NSK Ltd., Tokio/Tokyo, JP; Kyodo Yushi Co., Ltd.,  
Tokio/Tokyo, JP

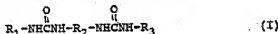
74 Vertreter:  
Grünecker, Kinkeldey, Stockmair & Schwanhäusser,  
Anwaltssozietät, 80538 München

72 Erfinder:  
Yokouchi, Atsushi, Fujisawa, Kanagawa, JP;  
Koizumi, Hideki, Fujisawa, Kanagawa, JP; Iso,  
Kenichi, Fujisawa, Kanagawa, JP; Naka, Michiharu,  
Fujisawa, Kanagawa, JP; Endo, Toshiaki, Fujisawa,  
Kanagawa, JP; Suzuki, Yoichi, Chigasaki,  
Kanagawa, JP

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt.

55 Schmierfettzusammensetzung

57 Die Erfindung betrifft eine Schmierfettzusammensetzung, die umfaßt ein Grundöl, das nicht weniger als 10 Gew.-% eines Esteröls, bezogen auf die Gesamtmenge des Grundöls, enthält und eine kinematische Viskosität bei 40°C von 50 bis 200 mm<sup>2</sup>/s aufweist, und 15 bis 35 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Schmierfettzusammensetzung, einer Di-harnstoff-Verbindung der Formel (I):



worin bedeuten:

R<sub>2</sub> eine aromatische Kohlenwasserstoffgruppe mit 6 bis 15 Kohlenstoffatomen; und  
R<sub>1</sub> und R<sub>3</sub>, die gleich oder verschieden sein können, jeweils eine aromatische Kohlenwasserstoffgruppe mit 6 bis 12 Kohlenstoffatomen oder eine aliphatische Kohlenwasserstoffgruppe mit 8 bis 20 Kohlenstoffatomen, wobei der Mengenanteil der aromatischen Kohlenwasserstoffgruppen an der Gesamtmenge von R<sub>1</sub> und R<sub>3</sub> 50 bis 100 Mol-% beträgt.

Beim Aufbringen auf Wälzlager mit äußerem Laufring ergibt die Schmierfettzusammensetzung eine ausgezeichnete Beständigkeit gegen Ausbrechen, Leckbeständigkeit und ein niedriges Geräusch und sie verhindert ein vorzeitiges Festfressen unter Hochtemperatur- und Hochgeschwindigkeits-Bedingungen.

DE 195 38 658 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 02. 96 602 017/513

11/27

Die Erfindung betrifft eine Schmierfettzusammensetzung (Schmiermittelzusammensetzung), die ein Grundöl umfaßt, das ein Esteröl als eine wesentliche Komponente und ein dem Grundöl einverleibtes Verdickungsmittel auf Harnstoff-Basis enthält; sie betrifft insbesondere eine Schmierfettzusammensetzung, die geeignet ist für die Verwendung in geschlossenen (verkapselten) Kugellagern vom rotierenden äußeren Laufing-Typ.

Geschlossene (verkapselte) Kugellager (Wälzlager) werden in elektrischen Teilen von Automobilen, beispielsweise in einer Drehstrom-Lichtmaschine, in einer elektromagnetischen Kupplung für eine Klimaanlage, in einer Spannrolle, einer Zwischenrolle, einem elektrischen Gebläsemotor und dgl. verwendet. Die Wälzlager werden allgemein mittels Schmierfett geschmiert.

Mit der zunehmenden Verbreitung von Frontantriebs-Frontmotor (FF)-Automobilen mit denen eine Größen- und Gewichtsreduktion angestrebt wird, und mit der in jüngster Zeit steigenden Nachfrage nach Fahrzeugen mit einem großen Passagieraum wurde der Raum für den Motor zwangsweise verkleinert und es besteht die Tendenz zu einer Größen- und Gewichtsreduktion der vorgenannten elektrischen Teile. Außerdem müssen die elektrischen Teile selbst verbesserte Eigenschaften und ein höheres Leistungsvermögen aufweisen. So wird beispielsweise eine Verringerung des Leistungsvermögens beispielsweise einer Drehstrom-Lichtmaschine oder einer elektromagnetischen Kupplung für eine Klimaanlage als Folge der Größenreduktion durch Erhöhung der Umdrehungsgeschwindigkeit kompensiert. Da außerdem die Tendenz zur Verkapselung eines Motors zunimmt, um das Geräusch zu senken, steigt die Temperatur innerhalb des Motorraums an. Deshalb sind Teile erforderlich, die höheren Betriebstemperaturen standhalten.

Ein Schmierfett für geschlossene (verkapselte) Lager für Automobilteile muß Lager mit einer langen Schmierlebensdauer ergeben, es darf kaum austreten (lecken) und muß ausgezeichnete Niedertemperatur-Eigenschaften, Antikorrosionseigenschaften und eine niedrige Geräuschenwicklung und auch eine ausgezeichnete Beständigkeit gegen Ausbrechen (Abblättern) aufweisen.

Unter diesen Umständen wurde bereits ein Langzeit-Fett für Schnellauf-Wälzlager entwickelt, das den obengenannten Anforderungen genügt. In JP-A-3-250094 (der hier verwendete Ausdruck "JP-A" steht für eine "ungeprüfte publizierte japanische Patentanmeldung") ist ein Schmierfett beschrieben, das ein Alkyldiphenylether-Öl als eine Grundölkomponente enthält, die eine verbesserte Beständigkeit gegen Ausbrechen (Abblättern) und eine verbesserte Hochtemperatur-Haltbarkeit bei Vibrationen aufweist. In JP-A-4-253796 ist eine Schmierfettzusammensetzung beschrieben, die eine Kombination aus einem spezifischen Diharnstoff-Verdickungsmittel und einem Alkyldiphenylether-Grundöl umfaßt, die eine verbesserte Oxidationsbeständigkeit und Wärmebeständigkeit und kontrollierte Flüchtigkeit aufweist und deshalb bei hoher Geschwindigkeit und hoher Temperatur haltbar ist. Außerdem ist in JP-A-5-263091 ein Schmierfett beschrieben, das eine aromatische Diharnstoff-Verbindung oder eine aromatische Harnstoffurethan-Verbindung als Verdickungsmittel und ein Gemisch aus einem Alkyldiphenylether-Öl und einem Poly- $\alpha$ -olefin-Öl in einem Gewichtsverhältnis von 20 : 80 bis 80 : 20 als Grundöl umfaßt, die kein abnormes Ausbrechen (Abblättern) verursacht und eine lange Lebensdauer aufweist, bevor ein Festfressen in einem Haltbarkeitstest unter Verwendung einer Drehstrom-Lichtmaschine auftritt.

Wenn jedoch die obengenannten Schmierfettzusammensetzungen auf Wälzlager mit äußerem Laufing angewendet werden, tritt ein vorzeitiges Festfressen auf, obgleich die Lager eine zufriedenstellende Dichtigkeit gegen Lecken und eine zufriedenstellende Beständigkeit gegen Ausbrechen (Abblättern) aufweisen, und die Schmierlebensdauer ist nicht immer zufriedenstellend.

Die Erfinder der vorliegenden Erfindung haben das obengenannte Phänomen gründlich untersucht und dabei gefunden, daß die konventionellen Grundöle, die ein synthetisches Kohlenwasserstoff-Öl oder ein Alkyldiphenylether-Öl einzeln oder in Form einer Kombination davon umfassen, eine lang anhaltende Schmierwirkung ergeben, wenn sie auf Wälzlager mit äußerem Laufing angewendet werden.

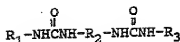
Obgleich der Grund für das Versagen noch unklar ist, scheint die Fett-Schmierwirkung für Wälzlager mit äußerem Laufing nachteilig zu sein im Vergleich zu derjenigen für Wälzlager mit innerem Laufing in bezug auf die folgenden Punkte:

1. Wenn die Rotationsgeschwindigkeit steigt, besteht die Gefahr, daß der Gleitanteil zunimmt und das geschmierte Teil starke Wärme entwickelt, wodurch die Schmierbedingungen härter werden.

2. So lange das Fett auf ein Wälzlager mit innerem Laufing angewendet wird, unterliegt das Schmierfett auf dem Inneren einer Rührwirkung als Folge der Zentrifugalkraft. Dagegen kann ein solcher Rühreffekt bei Wälzlager mit äußerem Laufing nicht erwartet werden. Daher nimmt die Zuführung zu der Läuferoberfläche ab, wodurch die Schmierbedingungen härter werden.

Angesichts der Probleme besteht ein Ziel der vorliegenden Erfindung darin, eine Schmierfettzusammensetzung bereitzustellen, die eine ausgezeichnete Beständigkeit gegen Ausbrechen und gegen Lecken (Austreten) aufweist, kein vorzeitiges Festfressen verursacht, selbst wenn sie auf Wälzlager mit einem äußeren Laufing angewendet wird, und die dadurch die Lebensdauer eines Lagers verlängert, und insbesondere darin, eine Schmierfettzusammensetzung bereitzustellen, die geeignet ist für den Auftrag auf Wälzlager mit äußerem Laufing, wie sie in einer elektromagnetischen Kupplung, in einer Spannrolle, einer Zwischenrolle und dgl. verwendet werden.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist eine Schmierfettzusammensetzung, die dadurch gekennzeichnet ist, daß sie umfaßt ein Grundöl, das nicht weniger als 10 Gew.-% eines Esteröls, bezogen auf die Gesamtmenge des Grundöls, und 15 bis 35 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge der Schmierfettzusammensetzung, einer Diharnstoff-Verbindung der allgemeinen Formel (I) enthält:



(I)

worin bedeuten:

R<sub>2</sub> eine aromatische Kohlenwasserstoffgruppe mit 6 bis 15 Kohlenstoffatomen; und R<sub>1</sub> und R<sub>3</sub>, die gleich oder verschieden sein können, jeweils eine aromatische Kohlenwasserstoffgruppe mit 6 bis 12 Kohlenstoffatomen oder eine aliphatische Kohlenwasserstoffgruppe mit 8 bis 20 Kohlenstoffatomen, wobei der Mengenanteil der aromatischen Kohlenwasserstoffgruppen in der Gesamtmenge von R<sub>1</sub> und R<sub>3</sub> 50 bis 100 Mol-% beträgt.

Das Esteröl, das in einem Grundöl in einer Menge von nicht weniger als 10 Gew.-% vorhanden sein sollte, unterliegt keinen speziellen Beschränkungen. Zu Beispielen für geeignete Esteröle gehören Diesteröle, die erhalten werden durch Umsetzung zwischen einer dibasischen Säure und einem verzweigten Alkohol; aromatische Esteröle, die erhalten werden durch Umsetzung zwischen einer aromatischen tribasischen Säure und einem verzweigten Alkohol; und sterisch gehinderte Esteröle, die erhalten werden durch Umsetzung zwischen einem Polyhydroxyalkohol und einer monobasischen Säure. Vom Standpunkt der Wärmebeständigkeit aus betrachtet (für den Fall, daß die Schmierfettzusammensetzung bei Hochtemperatur- und Hochgeschwindigkeitsbedingungen verwendet wird) ist es bevorzugt, daß das Esteröl mindestens ein solches ist, das ausgewählt wird aus aromatischen Esterölen und sterisch gehinderten Esterölen und es kann einzeln oder in Form einer Mischung davon verwendet werden.

Zu Beispielen für die Diesteröle gehören Dioctyladipat (DOA), Diisobutyladipat (DIBA), Dibutyladipat (DBA), Dioctylazelat (DOZ), Dibutylsebacat (DBS), Dioctylsebacat (DOS) und Methylacetylricinoleat (MAR-N).

Zu Beispielen für die aromatischen Esteröle gehören Trioctyltrimellithat (TOTM), Tridocyltrimellithat und Tetraoctylpyromellithat.

Der Polyhydroxyalkohol, der für die Herstellung der sterisch gehinderten Esteröle verwendet werden kann, umfaßt Trimethylolpropan (TMP), Pentaerythrit (PE), Dipentaerythrit (DPE), Tripentaerythrit (TPE), Neopentylglycol (NPG) und 2-Methyl-2-propyl-1,3-propanediol (MPPD).

Die monobasische Säure, die für die Herstellung der sterisch gehinderten Esteröle verwendet werden kann, umfaßt in der Regel Fettsäuren mit 4 bis 18 Kohlenstoffatomen, wie Buttersäure, Valeriansäure, Capronsäure, Caprylsäure, Onantsäure, Pelargonsäure, Caprinsäure, Undecansäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Rinderfettsäure, Stearinsäure, Caproisäure, Undecylensäure, Linderinsäure, Tsuzulsäure, Phytosterinsäure, Myristolsäure, Palmitolsäure, Petroselinensäure, Ölsäure, Elaidinsäure, Asclepinsäure, Vaccensäure, Sorbinsäure, Linoisäure, Lincelensäure, Sabinensäure und Ricinolsäure. Diese monobasischen Säuren können entweder einzeln oder in Form einer Kombination von zwei oder mehr derselben verwendet werden. Es können auch komplexe Ester, bei denen es sich um Oligoester zwischen einem Polyhydroxyalkohol und einer gemischten Fettsäure aus einer dibasischen Säure und einer monobasischen Säure handelt, verwendet werden.

Das Esteröl, das eine wesentliche Komponente des Grundöls ist, enthält vorzugsweise mindestens einen Vertreter aus der Gruppe der Pentaerythritesteröle, der Dipentaerythritesteröle, der Tripentaerythritesteröle, der Diolesteröle vom Neopentyl-Typ, der Trimethylolpropanesteröle, der komplexen Esteröle, der Trimellithatesteröle und der Pyromellithatesteröle in einer Menge von 50 bis 100 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Esteröls. Wenn der Gehalt an dem obengenannten Öl in dem Esteröl weniger als 50 Gew.-% beträgt, nimmt die Wärmebeständigkeit des Grundöls allmählich ab (wird schlechter), was zu einem Versagen der Gewährleistung einer ausreichenden Lebensdauer der sich mit hoher Geschwindigkeit bei einer hohen Temperatur drehenden Lager führt.

Es ist wesentlich, daß das Esteröl in einer Menge von nicht weniger als 10 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge des Grundöls, vorhanden ist. Um das Austreten (Lecken) des Schmierfettes minimal zu halten und um eine längere Lebensdauer der Lager zu erzielen, beträgt die Esteröl-Konzentration in dem Grundöl vorzugsweise 20 Gew.-% oder mehr.

Zu anderen Ölen, die zweckmäßig in Kombination mit den obengenannten Esterölen zum Aufbau des Grundöls verwendet werden können, gehören synthetische Kohlenwasserstoff-Öle, wie Poly- $\alpha$ -olefin-Öle und  $\alpha$ -Olefin-Ethylen-Co-Oligomer-Synthese-Öle; und Etheröle. Als Etheröle sind bei Berücksichtigung der Hochtemperatur- und Hochgeschwindigkeits-Leistungsfähigkeit bevorzugt Phenyletheröle, die von einer C<sub>12</sub>-C<sub>20</sub>(Di)alkylkette von Diphenyl, Triphenyl oder Tetraphenyl abgeleitet sind. Ein solches Phenyletheröl wird vorzugsweise in einer Menge von 0 bis 90 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Grundöls, verwendet.

Das Grundöl, das nicht weniger als 10 Gew.-% des Esteröls enthält, hat bei 40°C vorzugsweise eine kinematische Viskosität von 50 bis 200 mm<sup>2</sup>/s, besonders bevorzugt von 70 bis 180 mm<sup>2</sup>/s. Die kinematische Viskosität kann nach JIS K 2283, Item 3, bestimmt werden.

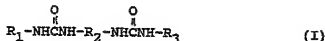
Wenn die kinematische Viskosität bei 40°C unter 50 mm<sup>2</sup>/s liegt, wird bei starker Belastung kein ausreichendes Ölfilm gebildet und der Verschleiß nimmt zu als Folge einer unzureichenden Schmierwirkung, was letztlich zu einem vorzeitigen Festfressen führt. Wenn die kinematische Viskosität bei 40°C über 200 mm<sup>2</sup>/s liegt, führt der hohe Viskositätswiderstand zu erhöhten Scherspannungen. Daraus folgt, daß bei Hochgeschwindigkeits- und Hochbelastungs-Bedingungen Wärme erzeugt wird und die Fließfähigkeit bei tiefen Temperaturen vermindert wird, wodurch ein abnormes Geräusch entsteht.

Daher führt die Einstellung der kinematischen Viskosität bei 40°C auf den oben angegebenen Bereich zu zufriedenstellenden Ergebnissen in bezug auf die Lebensdauer des Schmierfettes, die Leckbeständigkeit des Schmierfettes und die Ausbrechbeständigkeit der Lager bei Hochtemperatur- und Hochgeschwindigkeitsbedin-

gungen sowie in bezug auf die Tieftemperatur-Eigenschaften.

Die kinematische Viskosität des Grundöls kann eingestellt werden durch Auswählen eines Esteröls mit der gewünschten Viskosität oder durch geeignetes Kombinieren der obengenannten Grundöl-Komponenten.

Erfindungsgemäß wird als Verdickungsmittel (Eindickungsmittel) eine Diharnstoff-Verbindung der folgenden Formel (I) verwendet:



worin bedeuten:

R<sub>2</sub> eine aromatische Kohlenwasserstoffgruppe mit 6 bis 15 Kohlenstoffatomen; und

R<sub>1</sub> und R<sub>3</sub> die gleich oder verschieden sein können, jeweils eine aromatische Kohlenwasserstoffgruppe mit 6 bis 12 Kohlenstoffatomen oder eine aliphatische Kohlenwasserstoffgruppe mit 8 bis 20 Kohlenstoffatomen, wobei der Mengenanteil der aromatischen Kohlenwasserstoffgruppen an der Gesamtanzahl der Gruppen, dargestellt durch R<sub>1</sub> und R<sub>3</sub>, 50 bis 100 Mol-% beträgt.

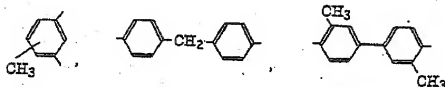
Die aliphatische Kohlenwasserstoffgruppe mit 8 bis 20 Kohlenstoffatomen, dargestellt durch R<sub>1</sub> und R<sub>3</sub>, umfaßt geradkettige (unverzweigte) oder verzweigte Kohlenwasserstoffgruppen, z. B. Octyl-, Nonyl-, Decyl-, Undecyl-, Dodecyl-, Tridecyl-, Tetradecyl-, Pentadecyl-, Hexadecyl-, Heptadecyl-, Octadecyl-, Eicosenyl-, Nonadecyl-, Ocerenyl-, Nonenyl-, Decenyl-, Undecenyl-, Dodecenyl-, Tridecenyl-, Tetradecenyl-, Penta-

decenyl-, Hexadecenyl-, Heptadecenyl-, Octadecenyl-, Nonadecenyl- und Elcosenyl-Gruppen.

Die aromatische Kohlenwasserstoffgruppe mit 6 bis 12 Kohlenstoffatomen, dargestellt durch R<sub>1</sub> und R<sub>3</sub>, umfaßt Phenyl-, Toluyl-, Xylyl-, t-Butylphenyl- und Benzylgruppen.

R<sub>1</sub> und R<sub>3</sub> stehen jeweils vorzugsweise für eine monovalente aromatische Kohlenwasserstoffgruppe. Der Mengenanteil der aromatischen Kohlenwasserstoffgruppen an der Gesamtmenge von R<sub>1</sub> und R<sub>3</sub> sollte in dem Bereich von 50 bis 100 Mol-% liegen.

Die divalente aromatische Kohlenwasserstoffgruppe mit 6 bis 15 Kohlenstoffatomen, dargestellt durch R<sub>2</sub> unterliegt keinen speziellen Beschränkungen, so lange sie eine solche Struktur hat, daß sie ausgezeichnete Eigenschaften in bezug auf die Wärmebeständigkeit und die Oxidationsbeständigkeit aufweist. Typische Beispiele für R<sub>2</sub> sind nachstehend angegeben:



Die Diharnstoffverbindung wird als Verdickungsmittel (Eindickungsmittel) in einer Menge von 15 bis 35 Gew.-%, vorzugsweise von 15 bis 30 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge der Schmierfettzusammensetzung, verwendet. Wenn die Menge der Diharnstoffverbindung weniger als 15% beträgt, kann keine ausreichende Ausbrech/Abblätterungsbeständigkeit gewährleistet werden und das Schmierfett neigt zum Austreten (Lecken). Wenn die Menge der Diharnstoffverbindung 35% übersteigt, nimmt die Haltbarkeit der Lager unter Hochtemperatur- und Hochgeschwindigkeits-Bedingungen signifikant ab und es besteht die Möglichkeit, daß die Lager bei tiefen Temperaturen ein abnormes Geräusch entwickeln.

Das Verdickungsmittel (Eindickungsmittel), das die Diharnstoffverbindung umfaßt, kann nach einem beliebigen Verfahren hergestellt werden. Es kann beispielsweise hergestellt werden unter Anwendung eines Einstufenverfahrens durch Umsetzung eines Amins mit einer Isocyanatverbindung bei 10 bis 200°C. Obgleich die Reaktion in Gegenwart eines flüchtigen Lösungsmittels durchgeführt werden kann, ist es auch möglich, das obengenannte Grundöl als Reaktionslösungsmittel zu verwenden. Im letzteren Fall kann das erhaltene Reaktionsprodukt als erfindungsgemäße Schmierfettzusammensetzung dienen.

Gewünschtensfalls kann die erfindungsgemäße Schmierfettzusammensetzung bekannte Zusätze zur Verbesserung ihrer ausgezeichneten Eigenschaften enthalten. Zu geeigneten Zusätzen gehören andere (weitere) Verdickungsmittel (Eindickungsmittel), wie Metallseifen, Bentonit und Silicagel; Antioxidationsmittel, wie Amine, Phenole, Schwefelverbindungen und Zinkdithiophosphat; Extremdruck-Zusätze, wie Chlor, Schwefel oder Phosphor enthaltende Verbindungen, Zinkdithiophosphat und Organomolybdän; Mittel zur Verbesserung der Öligkeit (Schmierwirkung), wie Fettsäuren und Pflanzenöle; Antirostmittel, wie Petrosulfonate, Dinonylnaphthalinsulfonat und Sorbitanester; Metalldeaktivatoren wie Benzotriazol und Natriumsulfid; und Viskositätsindex-Verbesserungsmittel, wie Polymethacrylat, Polyisobutylen und Polystyrol. Diese Zusätze können entweder einzeln oder in Form einer Kombination von zwei oder mehr Arten derselben verwendet werden.

Die vorliegende Erfindung stellt eine Lösung des Problems des vorzeitigen Pressens von Wälzlagern mit äußerem Laufing dar durch Verwendung eines Grundöls, das 10 bis 100 Gew.-% eines Esteröls enthält bei gleichzeitiger Verwendung eines aromatischen Diharnstoff-Verdickungsmittels als Gegenmaßnahme gegen das Ausbrechen (Abblättern). Es wird angenommen, daß das Esteröl aufgrund seiner Öligkeit (Schmierwirkung) auf die Wälzlager mit äußerem Laufing einwirkt, wenn harte Schmier-Bedingungen angewendet werden und

dadurch die erfindungsgemäßen Effekte mit sich bringt.

Die Erfindung wird in den folgenden Beispielen und Vergleichsbeispielen näher erläutert, ohne jedoch darauf beschränkt zu sein.

## Beispiele 1 bis 13 und Vergleichsbeispiele 1 bis 6

### 1. Herstellung eines Fettes

Eine Diisocyanatverbindung wurde zu einem Grundöl zugegeben und durch Erhitzen gelöst. Ein Monoamin, das in einem Grundöl mit der gleichen Zusammensetzung durch Erhitzen aufgelöst worden war, wurde zugegeben. Beim Rühren entstand aus der Mischung sofort eine gelatineartige Substanz, die durch eine Walzenmühle hindurchgeführt wurde zur Herstellung eines Fettes. Gewünschtenfalls kann die gelatineartige Substanz bis auf 200°C erhitzt werden, um die Reaktion bis zu einem ausreichenden Grade durchzuführen. Die Arten und Mengen der verwendeten Diisocyanatverbindung, des Monoamins und des Grundöls sind in den weiter unten folgenden Tabellen I bis V angegeben. Das Gesamtgewicht von Diisocyanatverbindung, Monoamin und Grundöl betrug 1950 g. Zu dem Fett wurde ein Antioxidationsmittel und ein Antifrostmittel in einer Gesamtmenge von 50 g zugegeben, wobei man eine Fettzusammensetzung mit einem Gewicht von 2000 g erhielt.

### 2. Bewertung

Jede der resultierenden Fettzusammensetzungen wurde unter Anwendung der folgenden Testverfahren getestet. Die erhaltenen Ergebnisse sind in den Tabellen I bis V angegeben.

#### 2-1. Festreiß-Test bei Hochtemperatur- und Hochgeschwindigkeits-Bedingungen

Fett (1,3 g) wurde auf ein mit Kontaktgummi abgedichtetes Doppelreihen-Schräg-Kugellager (das in einen Kunststoffbehälter eingesetzt war) mit einem Innendurchmesser von 35 mm, einem Außendurchmesser von 52 mm und einer Breite von 20 mm aufgebracht. Das Lager wurde unter den Bedingungen einer Rotationsgeschwindigkeit des äußeren Laufringes von 13 000 UpM, einer Temperatur des inneren Laufringes von 130°C und einer Radialbelastung von 140 kgf kontinuierlich rotieren gelassen und die Betriebszeit, bis die Temperatur des äußeren Laufringes auf 150°C oder höher anstieg als Folge eines Feststresses, wurde bestimmt. Es wurden jeweils drei Stücke pro Probe der Bestimmung unterworfen und die Haltbarkeit des Schmierfettes unter Hochtemperatur- und Hochgeschwindigkeits-Bedingungen wurde bewertet anhand des Durchschnittswertes von drei gemessenen Werten, wie nachstehend angegeben:

ausgezeichnet nicht weniger als 1000 h  
gut nicht weniger als 700 bis weniger als 1000 h  
mäßig nicht weniger als 300 bis weniger als 700 h  
schlecht weniger als 300 h.

#### 2-2. Ausbrech-Test

Fett (1,0 g) wurde auf ein mit einem Kontaktgummi abgedichtetes Rillen-Kugellager (das in einen Kunststoffgehäuse eingesetzt war) mit einem Innendurchmesser von 12 mm, einem Außendurchmesser von 37 mm und einer Breite von 12 mm aufgebracht. Das Lager wurde unter den Bedingungen einer Wiederholt von 1000 bis 6000 UpM variierenden Rotationsgeschwindigkeit des äußeren Laufringes und einer Radialbelastung von 120 kgf in einer Atmosphäre von Raumtemperatur kontinuierlich rotieren gelassen und die Zeit, bis an der inneren Oberfläche des Laufringes ein Ausbrechen (Abblättern) auftrat, das zu Vibrationen führte, wurde bestimmt. Es wurden jeweils drei Stücke pro Probe der Messung unterworfen und die Beständigkeit gegen Ausbrechen (Abblättern) wurde bewertet als Mittelwert von drei gemessenen Werten, wie nachstehend angegeben:

gut: nicht weniger als 500 h  
mäßig: nicht weniger als 200 bis weniger als 500 h  
schlecht: weniger als 200 h.

#### 2-3. Test zur Bestimmung abnormer Geräusche bei tiefer Temperatur

Fett (1,0 g) wurde auf ein mit Kontaktgummi abgedichtetes Rillen-Kugellager (das in einen gestanzten Stahlbehälter eingesetzt war) mit einem Innendurchmesser von 12 mm, einem Außendurchmesser von 37 mm und einer Breite von 12 mm aufgebracht. Nach dem gründlichen Abkühlen in einer Atmosphäre von -30°C wurde das Lager unter den Bedingungen einer Rotationsgeschwindigkeit des äußeren Laufringes von 3600 UpM und einer Radial-Belastung von 50 kgf 30 s lang in einer Atmosphäre von -10°C kontinuierlich rotieren gelassen. Die Lager, die akustisch bestätigten, daß sie ein abnormes Geräusch entwickelten, wurden als NG bezeichnet. Vier Stücke jeder Probe wurden dem Test unterworfen und die Gesamtanzahl der NG-Lager wurde gezählt.

Tabelle I

|    | Beispiel<br>1   | Beispiel<br>2      | Beispiel<br>3      | Beispiel<br>4      |
|----|---|--------------------|--------------------|--------------------|
| 5  | Verdickungsmittel<br>(g):   |                    |                    |                    |
|    | Diisocyanat:  |                    |                    |                    |
| 10 | TDI <sup>1)</sup>   | -                  | -                  | -                  |
|    | MDI <sup>2)</sup>   | 184                | 166,4              | 225                |
|    |   |                    |                    | 360,4              |
|    | Monoamin:   |                    |                    |                    |
| 15 | p-Toluidin  | 78,6               | 86,4               | 135                |
|    | Stearylamin   | 197,7              | -                  | 244,8              |
|    | Octylamin   | -                  | 67,2               | -                  |
| 20 |   |                    |                    | 74,8               |
|    | Grundöl (g)   |                    |                    |                    |
|    | Ester A <sup>3)</sup>   | 640                | 1141               | 1450               |
|    | Ester B <sup>4)</sup>   | -                  | -                  | -                  |
| 25 | Ester C <sup>5)</sup>   | -                  | -                  | -                  |
|    | Ester D <sup>6)</sup>   | -                  | -                  | -                  |
|    | Ester E <sup>7)</sup>   | -                  | -                  | -                  |
| 30 | Alkyldiphenyl-<br>ether <sup>8)</sup>   | -                  | -                  | 267                |
|    |   | -                  | -                  | 1003               |
|    | Poly- $\alpha$ -olefin <sup>9)</sup>  | 850                | 489                | -                  |
| 35 | Mengenanteil der<br>aromatischen<br>Kohlenwasserstoff-<br>gruppen in R <sub>1</sub> und<br>R <sub>2</sub> (Mol-%) |                    |                    |                    |
| 40 |   | 50                 | 60                 | 70                 |
|    |   |                    |                    | 80                 |
|    | Gehalt an Verdick-<br>ungsmittel (Gew.-%)   |                    |                    |                    |
| 45 |   | 23                 | 16                 | 25                 |
|    |   |                    |                    | 34                 |
|    | Viskosität des Grund-<br>öls (40°C; mm <sup>2</sup> /s)   |                    |                    |                    |
|    |   | 98                 | 73                 | 53                 |
|    |   |                    |                    | 112                |
|    | Walk-Penetration<br>(NLGI-Grad <sup>11)</sup> )   |                    |                    |                    |
| 50 |   | Nr.2               | Nr.1               | Nr.2               |
|    |   |                    |                    | Nr.3               |
|    | Hochtemperatur-<br>Hochgeschwindig-<br>keits-Haltbarkeit  |                    |                    |                    |
| 55 |   | ausge-<br>zeichnet | ausge-<br>zeichnet | ausge-<br>zeichnet |
|    |   |                    |                    | gut                |
|    | Beständigkeit gegen<br>Ausbrechen (Abblättern)  |                    |                    |                    |
|    |   | gut                | gut                | gut                |
| 60 | akustische Haltbarkeit<br>(Anzahl der NG)   |                    |                    |                    |
|    |   | 0                  | 0                  | 0                  |
|    |   |                    | 0                  | 0                  |

Tabelle II

|   | Beispiel Beispiel Beispiel Beispiel |               |               |               |    |
|---|-------------------------------------|---------------|---------------|---------------|----|
|   | 5                                   | 6             | 7             | 8             |    |
| Verdickungsmittel (g):  |                                     |               |               |               |    |
| Diisocyanat:  |                                     |               |               |               | 10 |
| TDI <sup>1)</sup>   | -                                   | 205,2         | -             | 176           |    |
| MDI <sup>2)</sup>   | 270                                 | -             | 286,2         | -             |    |
| Monoamin:   |                                     |               |               |               | 15 |
| p-Toluidin  | 230                                 | 205,2         | 194,4         | 172           |    |
| Stearylamin   | -                                   | 129,6         | -             | -             |    |
| Octylamin   | -                                   | -             | 59,4          | 52            | 20 |
| Grundöl. (g)  |                                     |               |               |               |    |
| Ester A <sup>3)</sup>   | 551                                 | 268           | 973           | 574           |    |
| Ester B <sup>4)</sup>   | -                                   | -             | -             | 976           | 25 |
| Ester C <sup>5)</sup>   | -                                   | -             | -             | -             |    |
| Ester D <sup>6)</sup>   | -                                   | -             | -             | -             |    |
| Ester E <sup>7)</sup>   | -                                   | -             | -             | -             |    |
| Alkyldiphenyl-ether <sup>8)</sup>   | 899                                 | -             | 437           | -             | 30 |
| Poly- $\alpha$ -olefin <sup>9)</sup>  | -                                   | 1142          | -             | -             |    |
| Mengenanteil der aromatischen Kohlenwasserstoffgruppen in R <sub>1</sub> und R <sub>2</sub> (Mol-%) | 100                                 | 80            | 80            | 80            | 35 |
| Gehalt an Verdickungsmittel (Gew.-%)  | 25                                  | 27            | 27            | 20            | 40 |
| Viskosität des Grundöls (40°C; mm <sup>2</sup> /s)  | 78                                  | 154           | 65            | 182           | 45 |
| Walk-Penetration (NLGI-Grad <sup>11)</sup> )  | Nr.2                                | Nr.2          | Nr.2          | Nr.2          | 50 |
| Hochtemperatur-Hochgeschwindigkeits-Haltbarkeit   | ausgezeichnet                       | ausgezeichnet | ausgezeichnet | ausgezeichnet | 55 |
| Beständigkeit gegen Ausbrechen (Abblättern)   | gut                                 | gut           | gut           | gut           |    |
| akustische Haltbarkeit (Anzahl der NG)  | 0                                   | 0             | 0             | 0             | 60 |

Tabelle III

|    | Beispiel 9  | Beispiel 10 | Beispiel 11 | Beispiel 12 | Beispiel 13 |
|----|---|-------------|-------------|-------------|-------------|
| 5  | Verdickungsmittel (g):  |             |             |             |             |
|    | Diisocyanat:  |             |             |             |             |
| 10 | TDI <sup>1)</sup>   | -           | -           | -           | -           |
|    | MDI <sup>2)</sup>   | 225         | 225         | 225         | 225         |
|    | Monoamin:   |             |             |             |             |
| 15 | p-Toluidin  | 135         | 135         | 135         | 135         |
|    | Stearylamin   | 140         | 140         | 140         | 140         |
|    | Octylamin   | -           | -           | -           | -           |
| 20 | Grundöl (g)   |             |             |             |             |
|    | Ester A <sup>3)</sup>   | -           | -           | -           | -           |
|    | Ester B <sup>4)</sup>   | 493         | -           | -           | 740         |
| 25 | Ester C <sup>5)</sup>   | 957         | 769         | 972         | -           |
|    | Ester D <sup>6)</sup>   | -           | -           | 478         | 174         |
|    | Ester E <sup>7)</sup>   | -           | 681         | -           | -           |
| 30 | Ester F <sup>10)</sup>  | -           | -           | -           | 710         |
|    | Alkyldiphenyl-ether <sup>8)</sup>   | -           | -           | -           | -           |
|    | Poly- $\alpha$ -olefin <sup>9)</sup>  | -           | -           | -           | -           |
| 35 | Mengenanteil der aromatischen Kohlenwasserstoffgruppen in R <sub>1</sub> und R <sub>2</sub> (Mol-%) |             |             |             |             |
| 40 |   | 70          | 70          | 70          | 70          |
|    | Gehalt an Verdickungsmittel (Gew.-%)  |             |             |             |             |
| 45 |   | 25          | 25          | 25          | 25          |
|    | Viskosität des Grundöls (40°C; mm <sup>2</sup> /s)  |             |             |             |             |
|    |   | 64          | 67          | 52          | 153         |
| 50 | Walk-Penetration (NLGI-Grad <sup>11)</sup> )  |             |             |             |             |
|    |   | Nr.2        | Nr.2        | Nr.2        | Nr.2        |
|    | Hochtemperatur-Hochgeschwindigkeits-Haltbarkeit   |             |             |             |             |
| 55 |   | gut         | gut         | gut         | gut         |
|    | Beständigkeit gegen Ausbrechen (Abblättern)   |             |             |             |             |
|    |   | gut         | gut         | gut         | gut         |
| 60 | akustische Haltbarkeit (Anzahl der NG)  |             |             |             |             |
|    |   | 0           | 0           | 0           | 0           |



Tabelle IV

|   | Vergl.-<br>Beispiel | Vergl.-<br>Beispiel | Vergl.-<br>Beispiel |    |
|---|---------------------|---------------------|---------------------|----|
|   | 1                   | 2                   | 3                   |    |
| Verdickungsmittel<br>(9):   |                     |                     |                     | 10 |
| Diisocyanat:  |                     |                     |                     |    |
| TDI <sup>1)</sup>   | 147,6               | -                   | -                   |    |
| MDI <sup>2)</sup>   | -                   | 152                 | 312                 | 15 |
| Monoamin:   |                     |                     |                     |    |
| p-Toluidin  | 36,0                | 52                  | 162                 |    |
| Stearylamin   | -                   | 196                 | -                   | 20 |
| Octylamin   | 176,4               | -                   | 126                 |    |
| Grundöl (g)   |                     |                     |                     | 25 |
| Ester A <sup>3)</sup>   | -                   | -                   | -                   |    |
| Ester B <sup>4)</sup>   | -                   | -                   | -                   |    |
| Ester C <sup>5)</sup>   | -                   | -                   | 1350                | 30 |
| Ester D <sup>6)</sup>   | -                   | -                   | -                   |    |
| Ester E <sup>7)</sup>   | -                   | -                   | -                   |    |
| Alkyldiphenyl-<br>ether <sup>8)</sup>   | -                   | 1550                | -                   | 35 |
| Poly- $\alpha$ -olefin <sup>9)</sup>  | 1590                | -                   | -                   |    |
| Mengenanteil der<br>aromatischen<br>Kohlenwasserstoff-<br>gruppen in R <sub>1</sub> und<br>R <sub>2</sub> (Mol-%) | 20                  | 40                  | 60                  | 40 |
| Gehalt an Verdickungs-<br>mittel(Gew.-%)  | 18                  | 20                  | 30                  | 45 |
| Viskosität des Grund-<br>öls (40°C; mm <sup>2</sup> /s)   | 149                 | 97                  | 29                  | 50 |
| Walk-Penetration<br>(NLGI-Grad <sup>11)</sup> )   | Nr.2                | Nr.2                | Nr.2                | 55 |
| Hochtemperatur-<br>Hochgeschwindig-<br>keits-Haltbarkeit  | schlecht            | gut                 | mäßig               |    |
| Beständigkeit gegen<br>Ausbrechen(Abblättern)   | gut                 | gut                 | gut                 | 60 |
| akustische Haltbarkeit<br>(Anzahl der NG)   | 0                   | 2                   | 0                   | 65 |

Tabelle V

|   | Vergl.-<br>Beispiel | Vergl.-<br>Beispiel | Vergl.-<br>Beispiel |
|---|---------------------|---------------------|---------------------|
|   | 4                   | 5                   | 6                   |
| Verdickungsmittel<br>(g):   |                     |                     |                     |
| Diisocyanat:  |                     |                     |                     |
| TDI <sup>1)</sup>   | -                   | -                   | 180                 |
| MDI <sup>2)</sup>   | 124,9               | 395,2               | -                   |
| Monoamin:   |                     |                     |                     |
| p-Toluidin  | 86,4                | 243,2               | 220                 |
| Stearylamin   | -                   | -                   | -                   |
| Octylamin   | 28,8                | 121,6               | -                   |
| Grundöl (g)   |                     |                     |                     |
| Ester A <sup>3)</sup>   | -                   | -                   | 372                 |
| Ester B <sup>4)</sup>   | -                   | -                   | 1178                |
| Ester C <sup>5)</sup>   | -                   | -                   | -                   |
| Ester D <sup>6)</sup>   | -                   | -                   | -                   |
| Ester E <sup>7)</sup>   | -                   | -                   | -                   |
| Alkylphenyl-<br>ether <sup>8)</sup>   | 1368                | 416                 | -                   |
| Poly- $\alpha$ -olefin <sup>9)</sup>  | 342                 | 774                 | -                   |
| Mengenanteil der<br>aromatischen<br>Kohlenwasserstoff-<br>gruppen in R <sub>1</sub> und<br>R <sub>2</sub> (Mol-%) | 80                  | 70                  | 100                 |
| Gehalt an Verdick-<br>ungsmittel (Gew.-%)   | 12                  | 38                  | 20                  |
| Viskosität des Grund-<br>öls (40°C; mm <sup>2</sup> /s)   | 108                 | 129                 | 238                 |
| Walk-Penetration<br>(NLGI-Grad <sup>11)</sup> )   | Nr. 0               | Nr. 3               | Nr. 2               |
| Hochtemperatur-<br>Hochgeschwindig-<br>keits-Haltbarkeit  | mäßig               | schlecht            | gut                 |
| Beständigkeit gegen<br>Ausbrechen (Abblättern)  | schlecht            | gut                 | gut                 |
| akustische Haltbarkeit<br>(Anzahl der NG)   | 1                   | 1                   | 4                   |

<sup>1)</sup> Tolyldiisocyanat (Molekulargewicht 174)

- 2) Diphenylmethandiisocyanat (Molekulargewicht 250)  
 3) Dipentaerythritester-Öl (53 mm<sup>2</sup>/s, 40°C)  
 4) Dipentaerythritester-Öl (417 mm<sup>2</sup>/s, 40°C)  
 5) Pentaerythritester-Öl (29 mm<sup>2</sup>/s, 40°C)  
 6) Pentaerythrit-Komplexester-Öl (164 mm<sup>2</sup>/s, 40°C)  
 7) Trimellitthsäureester-Öl (213 mm<sup>2</sup>/s, 40°C)  
 8) Alkyldiphenylether (97 mm<sup>2</sup>/s, 40°C)  
 9) Gemisch von PAO (Poly- $\alpha$ -olefin) A (400 mm<sup>2</sup>/s) und PAOB (45 mm<sup>2</sup>/s) in einem A:B-Mischungsverhältnis bezogen auf das Gewicht) von 55 : 45 (150,6 mm<sup>2</sup>/s, 40°C)  
 10) Dioctylsebacat (11,3 mm<sup>2</sup>/s, 40°C)  
 11) Anzahl definiert vom National Lubricating Grease Institute (NLGI).

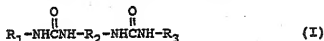
Wie aus den Ergebnissen den Tabellen I bis V hervorgeht, ergibt die erfindungsgemäße Zusammensetzung in jedem Test ausgezeichnete Ergebnisse. Fettzusammensetzungen, die kein Esteröl als Grundöl-Komponente enthalten, können nicht alle Testbedingungen erfüllen. Die Überlegenheit der vorliegenden Erfindung wurde somit nachgewiesen.

Die vorstehend beschriebene Fettzusammensetzung weist eine ausgezeichnete Betriebs-Lebensdauer unter Hochtemperatur- und Hochgeschwindigkeits-Bedingungen, eine ausgezeichnete Beständigkeit gegen Ausbrechen (Abblättern) der Lager, auf die sie aufgebracht wird, und ausgezeichnete Tieftemperatur-Eigenschaften auf.

Die Erfindung wurde zwar vorstehend unter Bezugnahme auf spezifische bevorzugte Ausführungsbeispiele näher erläutert, es ist jedoch für den Fachmann selbstverständlich, daß sie darauf keineswegs beschränkt ist, sondern daß diese in vielfacher Hinsicht abgeändert und modifiziert werden können, ohne daß dadurch der Rahmen der vorliegenden Erfindung verlassen wird.

#### Patentansprüche

1. Schmierfettzusammensetzung, dadurch gekennzeichnet, daß sie umfaßt ein Grundöl, das nicht weniger als 10 Gew.-% eines Esteröls, bezogen auf die Gesamtmenge des Grundöls, enthält und eine kinematische Viskosität bei 40°C von 50 bis 200 mm<sup>2</sup>/s aufweist, und 15 bis 35 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Schmierfettzusammensetzung, einer Diharnstoff-Verbindung der allgemeinen Formel (I):



worin bedeuten:

R<sub>2</sub> eine aromatische Kohlenwasserstoffgruppe mit 6 bis 15 Kohlenstoffatomen; und  
 R<sub>1</sub> und R<sub>3</sub>, die gleich oder verschieden sein können, jeweils eine aromatische Kohlenwasserstoffgruppe mit 6 bis 12 Kohlenstoffatomen oder eine aliphatische Kohlenwasserstoffgruppe mit 8 bis 20 Kohlenstoffatomen, wobei der Mengenanteil der aromatischen Kohlenwasserstoffgruppen an der Gesamtmenge von R<sub>1</sub> und R<sub>3</sub> 50 bis 100 Mol-% beträgt.

2. Schmierfettzusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Esteröl ein sterisch gehindertes Esteröl, ein aromatisches Esteröl oder eine Mischung davon ist.

3. Schmierfettzusammensetzung nach Anspruch 1 und/oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Esteröl mindestens einen Vertreter aus der Gruppe der Pentaerythritester-Öle, Dipentaerythritester-Öle, Tri-pentaerythritester-Öle, Diolster-Öle vom Neopentyl-Typ, Trimethylolpropanester-Öle, komplexen Ester-Öle, Trimellitthester-Öle und Pyromellitthester-Öle in einer Menge von 50 bis 100 Gew.%, bezogen auf die Gesamtmenge des Esteröls, enthält.